

(19) 日本国特許庁 (J P)

# (12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3063172号

(P 3 0 6 3 1 7 2)

(45) 発行日 平成12年 7 月12日 (2000. 7. 12)

(24) 登録日 平成12年 5 月12日 (2000. 5. 12)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

識別記号

F I

C08L 27/12

C08L 27/12

//(C08L 27/12

9:00 )

請求項の数 1 (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平3-3139

(22) 出願日 平成 3 年 1 月16日 (1991. 1. 16)

(65) 公開番号 特開平4-236254

(43) 公開日 平成 4 年 8 月25日 (1992. 8. 25)

審査請求日 平成 9 年12月26日 (1997. 12. 26)

(73) 特許権者 000002853

ダイキン工業株式会社

大阪府大阪市北区中崎西 2 丁目 4 番12号

梅田センタービル

(72) 発明者 友田 正康

大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内

(72) 発明者 白井 善裕

大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内

(74) 代理人 100062144

弁理士 青山 葆 (外 1 名)

審査官 原 賢一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フッ素ゴム組成物

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 フッ素ゴム 100 重量部、並びに液状ポリイソプレンゴムおよび水添液状ポリイソプレンゴムからなる群から選択された液状炭化水素系ゴム 0.5 ~ 10 重量部から成るフッ素ゴム組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、フッ素ゴム組成物に関し、更に詳しくは、フッ素ゴムに液状炭化水素系ゴムを加えた、加工性の改良されたフッ素ゴム組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 フッ素ゴムを他の成分、たとえば加硫剤と共にロール練りする場合、または押出機中でスクリーにより混練する場合、分子量に分布があつて低分子量

2

物を含むと、ロールやスクリーの表面に低分子量物の影響によりゴム配合物が付着することが多い。そこでロール加工性を改良する為に、ワックスや脂肪酸アミドなどが加工性改良剤としてフッ素ゴムに添加されるが、そのようなフッ素ゴム組成物からの成型物はメタノールなどの極性液体と接触させると、脂肪酸アミドが抽出され、問題となることがある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、ロールやスクリー表面への付着の問題がなく、成型物からの成分の抽出の問題のないフッ素ゴム組成物を提供しようとするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記課題を解決する為、フッ素ゴム 100 重量部、並びに液状ポリイ

ソブレンゴムおよび水添液状ポリイソブレンゴムからなる群から選択された液状炭化水素系ゴム0.5~10重量部から成るフッ素ゴム組成物を提供する。

【0005】本発明において使用されるフッ素ゴムとしては、限定されることなく従来既知のフッ素ゴムのいずれをも用いることができる。フッ素ゴムの例は、例えば40~85モル%のビニリデンフルオライドと残余の少なくとも1種の他の含フッ素エチレン性不飽和単量体とからなる重合体などである。また、市販のフッ素ゴムとしては、ダイエル（ダイキン工業）、バイトレ（デュポン）、フローレル（3M）などがある。

【0006】本発明の組成物は種々の方法で加硫することができる。例えば、ポリアミン化合物を用いたアミン加硫法、ポリヒドロキシ化合物を用いたポリオール加硫法及び有機過酸化物を用いたパーオキシド加硫法などを採用することができる。

【0007】本発明においてフッ素ゴムに添加される液状炭化水素系ゴムは、炭化水素系ゴムの中でも比較的分子量が低く、常温で粘稠な液状のゴムであり、本発明では、液状ポリイソブレンゴムまたは水添ポリイソブレンゴムを用いる。

【0008】液状炭化水素系ゴムは、フッ素ゴム100重量部あたり0.5~10重量部、好ましくは1~10重量部の割合で添加される。

【0009】次に実施例を示し、本発明を具体的に説明する。実施例および比較例で使用したフッ素ゴムは、次の参考例に従って調製した。

#### 【0010】参考例

（第1段階の重合）内容積36.6lの重合槽に純水15lを仕込み、系内を窒素ガスで充分置換した後、ビニリデンフルオライドーヘキサフルオロプロペンーテトラフルオロエチレン混合単量体（モル比46.5:37.0:16.5）900gを仕込み、攪拌しながら内温を100℃に上昇させた。次いでこれに過硫酸アンモニウム69gを純水360mlに溶解した溶液を1.0ml/分の速度で注入した。

【0011】重合の進行とともに圧力が低下するので、ビニリデンフルオライドーヘキサフルオロプロペンーテトラフルオロエチレン混合単量体（モル比63.5:18.0:18.5）を逐次圧入し、反応圧力を10kg/cm<sup>2</sup>Gに維持して反応を続け、130分後に加熱、攪拌を停止し、系内の単量体を放出して反応を停止させた。得られた水性乳濁液の濃度は25.2重量%であり、該水性乳濁液の一部から常法により三元共重合体を取り出して極限粘度[η]を測定したところ、0.89であった。

【0012】（第2段階の重合）前記第1段階の重合反応によって水性乳濁液中の未分解過硫酸アンモニウムを分解させるために活性炭処理を行い、次いで処理後の水性乳濁液0.2lと純水0.8lを内容積3lの重合槽に入れ、系内を窒素ガスで充分置換した後ビニリデンフルオライドーヘキサフルオロプロペンーテトラフルオロエチレン混合単量体（モル比46.5:37.0:16.5）120gを仕込み、攪拌しながら内温を70に上昇させた。次いでこれをジイソプロピルパーオキシジカーボネート3.0gを窒素ガスで圧入し重合を開始させた。

【0013】重合の進行とともに圧力が低下するので、ビニリデンフルオライドーヘキサフルオロプロペンーテトラフルオロエチレン混合単量体（モル比63.5:18.0:18.5）を逐次圧入し、反応圧力を14kg/cm<sup>2</sup>Gに維持して反応を続け、60分後に加熱、攪拌を停止して系内の単量体を放出し反応を停止させた。得られた水性乳濁液の濃度は22.0重量%であり、該水性乳濁液中の三元共重合体の極限粘度[η]は0.95であった。

#### 【0014】実施例1~3および比較例1~3

表1に示す配合により各成分ロール混練し、160℃で45分間プレス加硫した。なお、2次加硫は行わなかった。加工性および得られた加硫ゴムの物性を表1に示す。

【0015】

【表1】

10

20

30

	実 施 例			比 較 例		
	1	2	3	1	2	3
<u>配合</u>						
フッ素ゴム (参考例)	100	100	100	100	100	100
MTカーボン	20	20	20	20	20	20
酸化マグネシウム (高活性)	3	3	3	3	3	3
水酸化カルシウム	6	6	6	6	6	6
ビスフェノールAF	2	2	2	2	2	2
DBU塩	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
バンループN-18F *1	—	—	—	—	1	—
LIR-290 *2	2	5	10	—	—	—
EP-43 *3	—	—	—	—	—	2
<u>加工性</u>						
押出加工性						
押 出 肌	○	○	○	○	○	○~△
スクリュウ付着物	○	○	○	×	○	△
ロール加工性	○	○	○	△	○	△
<u>加硫ゴム物性</u>						
引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )	120	130	112	143	144	120
伸び (%)	390	340	320	350	360	380
硬さ (JIS-A)	70	70	67	71	71	71
圧縮永久歪 (%)	35	30	32	36	38	41
耐メタノール性 (%)	31	31	32	31	33*4	31

## 測定方法

押出加工性: (株)三葉製作所製 50mm一軸押出機

L/D=10を使用

ダイス温度100℃ シリンダ温度90℃

スクリュウ回転数20rpm

押 出 肌 ○:優れている △:普通 ×:劣っている

スクリュウ付着物 ゴムの供給をやめ、ダイスよりゴムが吐出しなくなった後、スクリュウの回転を停止し、スクリュウを抜き、ゴムの付着状態を観察した。

○:付着物なし △:付着物やや有り ×:付着物多い

【0016】\*1:N,N'-エチレンビスステアロアミド (播磨化成)

\*2:水添液状ポリイソブレンゴム [(株)クラレ] (平均分子量25000)

\*3:エチレン-プロピレン系ゴム (日本合成ゴム)

## (ヨウ素価6)

\*4:抽出液を冷却すると析出物有。

【0017】なお、各加硫ゴム物性の測定方法は、次の通りである。

圧縮永久歪:120℃×72時間

耐メタノール性:加硫ゴム片をフェニルC(トルエン/イソオクタン=50/50容量%):メタノール=30:70(容量%)の混合溶液に50℃で72時間浸漬後の体積増加率

ロール加工性:ロールへの粘着性、泣き分かれ、粉入れ時間、シートの分出し肌を総合的にみて、次の判定基準に従って評価する。

○:優れている

△:普通

×:劣っている

## フロントページの続き

- (56) 参考文献 特開 昭60-86147 ( J P , A )  
特開 昭59-102941 ( J P , A )  
特開 昭59-129238 ( J P , A )  
特開 昭52-72742 ( J P , A )

(58) 調査した分野 ( Int . Cl . <sup>7</sup> , D B 名 )

C08L 27/12  
C08L 9/00  
C08L 11/00  
C08L 19/00